

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-332314

(P2000-332314A)

(43) 公開日 平成12年11月30日 (2000. 11. 30)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
H 0 1 L 41/09		H 0 1 L 41/08	C 5 J 0 9 7
41/24		H 0 3 H 3/02	B 5 J 1 0 8
H 0 3 H 3/02		3/08	
3/08		H 0 1 L 41/22	A
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-144945

(22) 出願日 平成11年5月25日 (1999. 5. 25)

(71) 出願人 000006231

株式会社村田製作所

京都府長岡京市天神二丁目26番10号

(72) 発明者 白 露 幸 祐

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式

会社村田製作所内

Fターム(参考) 5J097 AA32 FF02 HA03 KK08 KK09

5J108 MM08

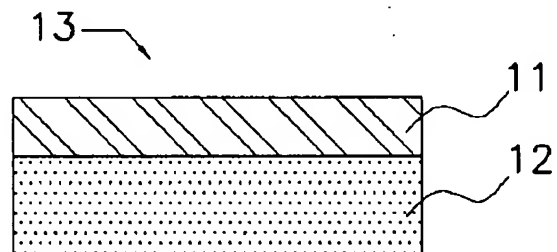
(54) 【発明の名称】 圧電体基板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 SAW速度Vおよび電気機械結合係数

(K^2) がともに高い圧電体基板を、簡単な形成プロセスで安価に提供する

【解決手段】 成膜基板として(012)サファイア基板を用い、該基板上に圧電体薄膜を $1\mu\text{m/h}$ 以上の成膜速度で成膜することにより(100)配向した圧電体薄膜を形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 成膜基板上に圧電体薄膜を形成してなる圧電体基板の製造方法であって、成膜基板として(012)サファイア基板を用い、該基板上に圧電体薄膜を $1\mu\text{m}/\text{h}$ 以上の成膜速度で成膜することにより(100)配向した圧電体薄膜を形成することを特徴とする圧電体基板の製造方法。

【請求項2】 前記圧電体薄膜が、 LiNbO_3 、 LiTaO_3 、または両者の固溶体のいずれかであることを特徴とする請求項1に記載の圧電体基板の製造方法。

【請求項3】 前記圧電体薄膜は、MOCVD法によって作製されたものであることを特徴とする請求項1または2のいずれかに記載の圧電体基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、弾性表面波(Surface Acoustic wave: SAW)デバイス、弾性バルク波(Bulk Acoustic wave: BAW)デバイス、および光学素子材料などに応用される圧電性基板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、移動体通信の使用周波数の高周波化に伴い、高周波デバイス作製の圧電体基板のニーズが高まっている。それに加え、弾性表面波(SAW)フィルタなどのSAWデバイスにおいては、ローミングやデータレートの高い情報のやりとりのため、広帯域化のニーズも大きい。このように、高周波化に対応しかつ広帯域のSAWフィルタの開発が現在望まれているが、このようなSAWデバイスを作製するためには、大きなSAW速度(V)と高い電気機械結合係数(k^2)を実現できかつ伝搬損失の少ない圧電体基板を使用する必要がある。なお、このような圧電体基板の市販の水準としては、レイリー波に関しては、 $V=4000\text{m/s}$ 、 $k^2=0.055$ と言う値が128度Yカット LiNbO_3 基板によって、リーキー波に関しては、 $V=4212\text{m/s}$ 、 $k^2=0.076$ と言う値が36度回転Yカット LiTaO_3 基板によって、それぞれ達成されており、さらなる高周波化・広帯域化に向けて新しい圧電性基板の開発が進められている。

【0003】ところで、SAWフィルタにおいては、弾性表面波の速度をV、弾性表面波の波長を λ とすると、使用周波数fは $f=V/\lambda$ で示される。よって、高周波で使用するSAWフィルタを作製するには、弾性表面波の速度Vの値を大きくするか、波長 λ の値を小さくする必要が生じる。一般に、SAWフィルタの波長 λ の値は、SAWフィルタを構成する櫛形電極(InterDigital Transducer: IDT)の幅によって規定されるため、波長 λ の値を小さくするためには、IDTの幅を狭く形成しなければならない。しかしながら、フォトリソ技術による配線形成の微細化も限界に達しつつあり、現状以

上に微細な幅を有するIDTを形成することは困難になりつつある。また、仮に現状以上に微細なIDTの形成が可能であるとしても、IDT幅が細いとストレスミグレーションの影響を受けやすく、デバイスの耐久性に問題が生じやすい。このように、IDT幅の微細化に限界があり波長 λ の値を小さくすることができない以上、高周波化に対応するSAWデバイスを作製するためには速度Vを大きくせざるを得ない。より大きなVを実現できる圧電体基板が強く望まれているのはこのためである。

【0004】また、SAWデバイスの広帯域化を図るためには k^2 の値を高める必要があるが、 k^2 の値は使用する圧電体基板の圧電定数によって大きく規定されるため、高い k^2 を実現できる圧電定数を有する圧電体基板の開発が必須となる。

【0005】これに対して、 ZnO などのような圧電性を有する薄膜を、 Al_2O_3 や SiC といった高音速(V)の基板上に作製することにより、レイリー波の高次モードであるセザワ波を励振でき、より大きな k^2 が得られることをTakedaらがJpn. J. Appl. Phys., 24, Suppl. 24-1 (1985), p.124にて報告している。このことは、圧電性薄膜と高音速基板との組み合わせ構造が、SAW用基板の高く(SAW)音速と高 k^2 の実現に有効であることを示唆している。これを受けて、さらに k^2 の大きな LiNbO_3 薄膜でも ZnO と同様な調査が種々行われている。

【0006】また、上記レイリー波のモード(圧電性薄膜の分極軸が基板面に対して垂直な場合に励振される)とは異なり、圧電性薄膜の分極軸が基板面に対して平行な場合に励振されるSH(Shear Horizontal)波の一つのラブ波でも、同様な手法が取り入れられており、その一例として特開平10-322158号公報に開示されるような手法がある。これは上述のように、Vの大きなサファイア基板上に k^2 の高い LiNbO_3 等の圧電体薄膜のc軸を基板面に対して寝かせながら膜形成することにより、V値と k^2 値とがともに高い圧電体基板を提供しようとするものである。この手法は、図12に示すように、(012)サファイア基板(R面サファイアとも呼ぶ)31上に、レーザアブレーション法等の成膜手法によってまず Nb_2O_5 等の金属酸化物からなる中間層32を形成し、次いで同じくレーザアブレーション法によって(100)配向した LiNbO_3 薄膜33を成長させることによって、サファイア基板、中間層、圧電体薄膜の3層構造を有する圧電体基板34を形成するものである。ここでは、成膜基板として(012)サファイア基板31を用い、かつ金属酸化物からなる中間層32を LiNbO_3 薄膜形成のシード層として介在させることにより、そのc軸が膜の面内に寝ている状態(基板面と平行な状態)の(100)配向した LiNbO_3 薄膜33の形成を可能としている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら上述の成膜方法では、そのc軸が膜の面内に寝ている状態にLiNbO₃薄膜33を形成するために、成膜基板31に含まれる構成元素（上述の例においてはO）および圧電体薄膜33に含まれる構成元素（上述の例においてはNb）の双方を構成元素とする中間層（上述の例においてはNb₂O₅）32を成膜基板31と圧電体薄膜33との間に介在して成膜する必要がある。

【0008】また、この中間層32は圧電体薄膜33形成のシード層として機能しているので、中間層32の結晶配向性の良し悪しとその直上に形成される圧電体薄膜33の結晶配向性に大きく影響することになる。このため、この中間層の形成にあたっては最適条件を選定した上で、その最適条件を厳密に管理して高い結晶配向性を維持する必要がある。

【0009】このように上述の従来の圧電体基板の製造方法では、（100）配向した圧電体薄膜を形成するために別途中間層を形成する必要があり、またその中間層の形成のための最適条件の選定・管理のために多くの配慮が必要となるため、結果的に圧電体基板の全体的な作製プロセスが複雑になり、圧電体基板のコストアップを招くという問題点があった。従って本発明は、上述の技術的問題点を解決するためになされたものであって、Vが大きくk²も高い圧電体基板を、簡単な形成プロセスで安価に提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】一般に、LiNbO₃、LiTaO₃等のイルメナイト構造を有する圧電体材料は、サファイア等のコランダム構造と非常に類似した結晶構造を有しており、サファイア基板を成膜基板として用いることにより、これらの圧電体薄膜を比較的容易にエピタキシャル成長させることができる。従って、（012）サファイア基板上にLiNbO₃やLiTaO₃を成膜すると、理論的には基板と同様に（012）配向したLiNbO₃薄膜が得られるはずである。しかしながら、LiNbO₃やLiTaO₃の（012）面はその成長速度が他の結晶面に比べて極めて遅く、十分に速い成膜速度を維持しないと（012）面単独での成長が見られないことが各種の実験において確認されている。これは、サファイア基板の（012）面が劈開面で、劈開面に垂直な方向へのボンド数が他面に比べて少ないことから、その（012）面直上に形成される膜の成長速度が遅くなるためと考えられている。この結果、（012）サファイア基板上には（100）面や（110）面と言った成長速度の速い結晶面が優先的に成長することになる。さらに（100）面と（110）面の成長速度を比較すると、格子面のマッチングの観点から（100）面のミスマッチの方が少ないことから（100）面が優先的に成長する傾向が強い。

【0011】本発明者らはこの点に注目し鋭意検討を重ねた結果、（012）サファイア基板上にLiNbO₃やLiTaO₃あるいはこれらの固溶体等の圧電体薄膜を、成長速度を速めて成膜することにより、（100）配向した圧電体薄膜を得られることを見だし本発明を完成させるに至った。すなわち、本発明の圧電体基板の製造方法は、（012）サファイア基板上に、圧電体薄膜を1μm/h以上の成膜速度で成膜することにより（100）配向した圧電体薄膜を形成することを特徴とする。ここで成膜される圧電体薄膜としては、LiNbO₃、LiTaO₃あるいはこれらの固溶体などの圧電体薄膜があげられる。

【0012】このように本発明の手法によれば、従来例とは異なり、中間層を別途形成することなく（100）配向した圧電体薄膜を形成することが可能である。これによって、従来に比べて圧電体基板の製造工程が簡略化され作製時間を短縮することができ、製造コストを抑制することができる。また、この（100）配向した圧電性薄膜は、そのc軸が膜面内に寝た状態であるだけでなく、さらにc軸の方向が1方向に揃ったエピタキシャル膜であることも後述の実験結果から確認された。

【0013】また、1μm/hを超えるような速い成膜速度で圧電体薄膜を形成するためには、高速での成膜を得意とするMOCVD法が最も好ましい。ただし、成長速度を速める条件設定とすることで、スパッタリング法やPLD法等の他の成膜方法によって圧電体薄膜を成膜することも可能である。このように、MOCVD法によって（100）配向した圧電性薄膜を成膜すると、従来のレーザアブレーションによる成膜と比較して格段にその成長速度を速め、かつ成膜範囲を広げることができる。また、MOCVD法は膜の再現性に関しても優れており、ウェハ間および各案子間の膜厚分布の均一性などが極めて正確に要求されるSAWデバイスの作製に好適に適用することができる。このため、圧電体基板の量産性の向上および歩留まりの向上を図ることができ、さらにそのコストダウンを図ることができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明の圧電体基板の製造方法について、詳細に説明する。

【0015】[第1実施例、図1～図7]本発明の第1実施例の圧電体基板は、市販の（012）サファイア基板上にMOCVD法を用いて（100）LiNbO₃薄膜を成膜することによって作製した。ここでLiNbO₃薄膜の成膜に用いたMOCVD装置を、図1に示す。図1のMOCVD装置1は、縦型コールドウォータタイプの反応容器2を有し、反応容器2は圧力調整バルブ3を介して真空排気装置4によって所定の真空度に維持される。また、1以上たとえば2つの原料容器兼気化器5、6で気化された原料ガスは、キャリアガス用のマスフローコントローラ（MFC）8で流量制御され、さら

に酸素ガスは専用のマスフローコントローラ(MFC)7で流量制御されながら、前記キャリアガスとともに原料ガス混合器9に送られる。そして、混合された原料ガスは原料ガス混合ノズル10を通して、反応容器2内に設置・加熱されている(サファイア等の)基板11上に供給される。基板11上に供給された原料ガスは基板直上で分解・反応し、基板11上に所定の圧電体薄膜が形成される。

【0016】本実施例の圧電体薄膜の成膜に用いた原料*

項目	気化温度	キャリアガス流量	気化器圧力
Li原料	200℃	200CCM	5~10Torr
Nb原料	135℃	50CCM	20~40Torr
酸素ガス		500CCM	150Torr

【0018】

【表2】

基板温度	600℃
反応圧力	5~10Torr
配管温度	250℃
成長速度	1.2~6.0 μm/h

*としては、Li(DMP)、およびNb(O-C₂H₅)₅を用い、以下の表1に示す条件でそれぞれの原料を気化させ、表2に示す成膜条件で約300nmの膜厚のLiNbO₃薄膜の作製を行った。この成膜条件に従って得られた圧電体基板13の断面図を図2に示す。図2において、11は(012)サファイア基板、12は(100)LiNbO₃薄膜を示している。

【0017】

【表1】

※bO₃薄膜の作製を行った。ここでは、実施例1とは異なる以下の表3に示す条件でそれぞれの原料を気化させ、表4に示す条件で約300nmの膜厚のLiNbO₃薄膜の作製を行った(原料ガスの気化温度を調整することによって圧電体薄膜の成長速度を変更している)。

【0020】

【0019】なお比較のために、第1実施例と同様の装置を用いて市販の(012)サファイア基板上にLiN※

【表3】

項目	気化温度	キャリアガス流量	気化器圧力
Li原料	190℃	200CCM	5~10Torr
Nb原料	125℃	50CCM	20~40Torr
酸素ガス		500CCM	150Torr

【0021】

【表4】

基板温度	600℃
反応圧力	5~10Torr
配管温度	250℃
成長速度	0.6~0.9 μm/h

★ことがわかる。

【0024】以上の分析結果から理解できるように、(012)サファイア基板上に一定速度以上、具体的には1.2μm/h以上の速い成長速度を維持しながらLiNbO₃薄膜を成膜することにより、(100)単一配向のLiNbO₃薄膜を成膜することが可能である。

【0025】また、第1実施例で得られた(100)配向LiNbO₃薄膜の3次元の配向性を調べるためにLiNbO₃薄膜、およびサファイア基板それぞれについての極点図を取った結果を、図7に示す。それぞれの解析面は、サファイア基板は(006)面、LiNbO₃薄膜については(104)面で行った。この結果、LiNbO₃薄膜は(012)サファイア基板上に3次元的にエピタキシャル成長しており、LiNbO₃薄膜のc軸方向と(012)サファイア基板のc軸投影方向とが互いに平行な関係に位置することが確認された。

【0026】[第2実施例、図8]本発明の第2実施例の圧電体基板は、第1実施例と同様の装置を用いて、市販の(012)サファイア基板上に(100)LiTaO₃薄膜を成膜することによって作製した。LiTaO₃薄膜の成膜に用いた原料としては、Li(DMP)、およびTa(O-C₂H₅)₅を用い、以下の表5に示す条件でそれぞれの原料を気化させ、表6に示す成膜条件で約500nmの膜厚のLiTaO₃薄膜の作製を行っ

【0022】ここで、前述の2つの実験によって得られたそれぞれのLiNbO₃薄膜について分析を行った。図3は、第1実施例において1.2μm/hの成長速度で得られたLiNbO₃薄膜のXRD(X線回折分析)パターンを示す。この図から明らかなように、(012)サファイア基板上には(300)LiNbO₃のピークしか見られず、(100)配向したLiNbO₃薄膜が形成されていることがわかる。また、さらに成長速度の速い6.0μm/hの成長速度で得られたLiNbO₃薄膜のXRDパターンを図4に示す。ここでも、(012)サファイア基板上に(300)LiNbO₃のピークしか見られず、(100)配向したLiNbO₃薄膜が形成されていることがわかる。

【0023】一方、比較例において0.6μm/hおよび0.9μm/hの成長速度で得られたLiNbO₃薄膜のXRDパターンをそれぞれ図5、6に示す。この図から明らかなように、(012)サファイア基板上に(012)と(300)のLiNbO₃ピークが混在しており、ともに(100)単一配向膜が得られていない★50

た。

【0027】

*【表5】

*

項目	気化温度	キャリアガス流量	気化器圧力
Li原料	200℃	200CCM	5~10Torr
Ta原料	135℃	50CCM	20~40Torr
酸素ガス		500CCM	150Torr

【0028】

【表6】

基板温度	600℃
反応圧力	5~10Torr
配管温度	250℃
成長速度	1.0~5.0 $\mu\text{m}/\text{h}$.

【0029】上述の成膜条件において、1.0 $\mu\text{m}/\text{h}$ の成長速度で得られたLiTaO₃薄膜のXRDパターンを図8に示す。この図から明らかなように、(012)サファイア基板には(300)LiTaO₃のピークしか見られず、(100)配向したLiTaO₃薄膜が形成されていることがわかる。

※【0030】[第3実施例、図9]本発明の第3実施例の圧電体基板は、第1実施例と同様の装置を用いて、市販の(012)サファイア基板上に(100)Li(Nb_x, Ta_{1-x})O₃薄膜を成膜することによって作製した。Li(Nb_x, Ta_{1-x})O₃薄膜の成膜に用いた原料としては、Li(DMP)、Nb(O-C₂H₅)₅、およびTa(O-C₂H₅)₅を用い、以下の表7に示す条件でそれぞれの原料を気化させ、表8に示す成膜条件で約800nmの膜厚のLiTaO₃薄膜の作製を行った。

【0031】

※【表7】

項目	気化温度	キャリアガス流量	気化器圧力
Li原料	200℃	200CCM	5~10Torr
Nb原料	135℃	5~45CCM	20~40Torr
Ta原料	135℃	5~45CCM	20~40Torr
酸素ガス		500CCM	150Torr

【0032】

【表8】

基板温度	600℃
反応圧力	5~10Torr
配管温度	250℃
成長速度	1.0~4.0 $\mu\text{m}/\text{h}$.

【0033】上述の成膜条件において、 $x=0.5$ とし、2.0 $\mu\text{m}/\text{h}$ の成長速度で得られたLi(Nb_{0.5}, Ta_{0.5})O₃薄膜のXRDパターンを図9に示す。この図から明らかなように、(012)サファイア基板上には(300)Li(Nb_{0.5}, Ta_{0.5})O₃のピークしか見られず、(100)配向したLi(Nb_{0.5}, Ta_{0.5})O₃薄膜が形成されていることがわかる。

【0034】[第4実施例、図10~図11]第1実施例で得られたLiNbO₃薄膜の表面にフォトリソグラフィ技術を用いてA1製IDTを設けて、SAW音速及び k^2 を測定した結果を図10および図11に示す。ここで、励振されるSAWの波長を λ 、圧電体層の膜厚を h としたときの h/λ を図10および図11の横軸に用いている。(ここでは、 $\lambda=1\mu\text{m}$ で評価を行っている。)図10の結果から、SAW音速については、 $h/\lambda=0.2\sim0.8$ の範囲、すなわち膜厚で表現すると200~800nmの範囲で5000m/s以上の高い速度を有していることが確認できる。ここで得られたSAW音速値はこのバルク単結晶のLiNbO₃単体を用いた場合($V=4000\text{m/s}$)よりも明らかに速いも★50

★のである。また、図11の結果では、 $0.8\geq h/\lambda\geq 0.3$ の範囲、すなわち膜厚で表現すると300nm~800nmの範囲で $k^2\geq 20\%$ という大きな値を示す。ここで得られた値もSAW音速と同様に、やはりこのバルク単結晶のLiNbO₃単体を用いた場合($k^2=5\sim6\%$)に比べて明らかに大きいものである。また、先述した中間層を導入した(100)LiNbO₃/(012)サファイア構造(特開平10-322158号公報で開示された技術)で得られた特性値と比較してもほぼ同等の特性値が得られており、本発明の中間層を不要とする技術の有効性が示されている。

【0035】

【発明の効果】上述の説明からも明らかなように、本発明の圧電体基板の製造方法によれば、(012)サファイア基板上に中間層を設けることなく、(100)配向の圧電体薄膜を高速かつ再現性良く形成することができるので、圧電体基板の製造工程を簡略化することができ、製造コストを削減することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に使用するMOCVD装置を示す概念図である。

【図2】 本発明の第1実施例の圧電体基板を示す断面図である。

【図3】 第1実施例において1.2 $\mu\text{m}/\text{h}$ の成長速度で得られたLiNbO₃薄膜のXRDパターンである。

【図4】 第1実施例において6.0 $\mu\text{m}/\text{h}$ の成長速

度で得られた LiNbO_3 薄膜のXRDパターンである。

【図5】 比較例において $0.6\mu\text{m/h}$ の成長速度で得られた LiNbO_3 薄膜のXRDパターンである。

【図6】 比較例において $0.9\mu\text{m/h}$ の成長速度で得られた LiNbO_3 薄膜のXRDパターンである。

【図7】 第1実施例で得られた LiNbO_3 薄膜および(012)サファイア基板の極点図である。

【図8】 第2実施例において $1.0\mu\text{m/h}$ の成長速度で得られた LiTaO_3 薄膜のXRDパターンである。

【図9】 第3実施例において $2.0\mu\text{m/h}$ の成長速

度で得られた $\text{Li}(\text{Nb}_{0.5}, \text{Ta}_{0.5})\text{O}_3$ 薄膜のXRDパターンである。

【図10】 第1実施例において作製した圧電体基板を用いてSAW音速を測定した結果を示す図である。

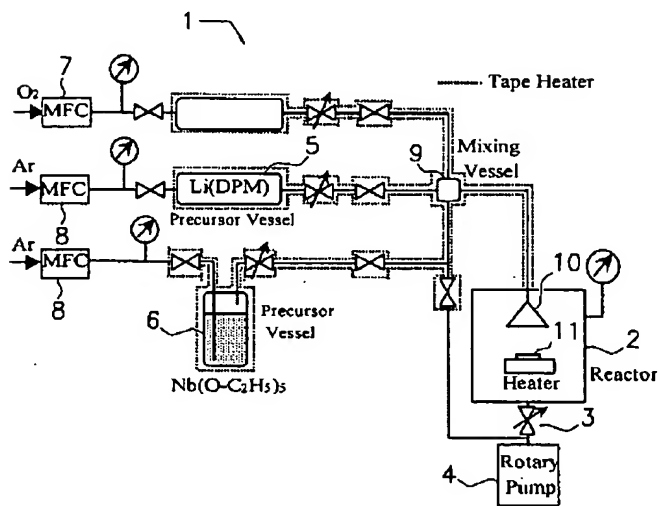
【図11】 第1実施例において作製した圧電体基板を用いて弾性表面波の k^2 を測定した結果を示す図である。

【図12】 従来例の圧電体基板を示す断面図である。

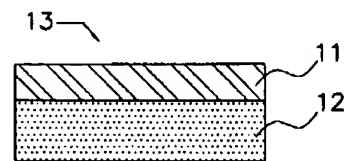
【符号の説明】

11 …… (012)サファイア基板
12 …… (100) LiNbO_3 薄膜
13 …… 圧電性基板

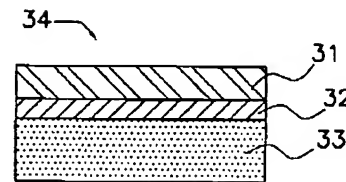
【図1】



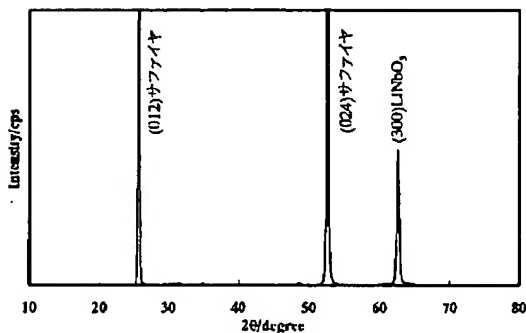
【図2】



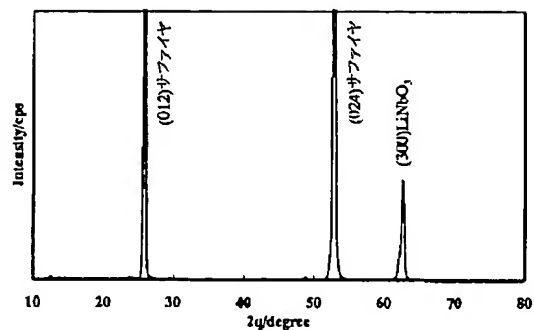
【図12】



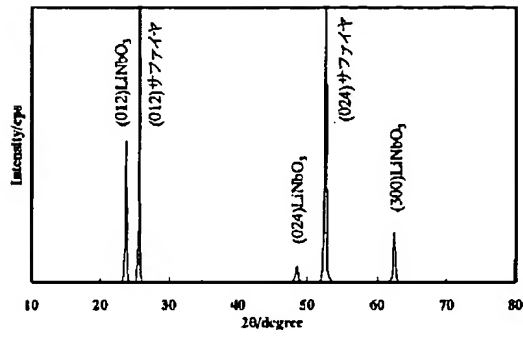
【図3】



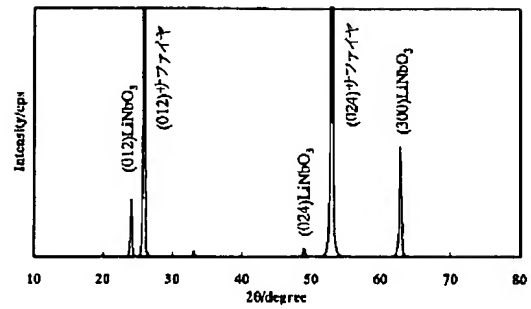
【図4】



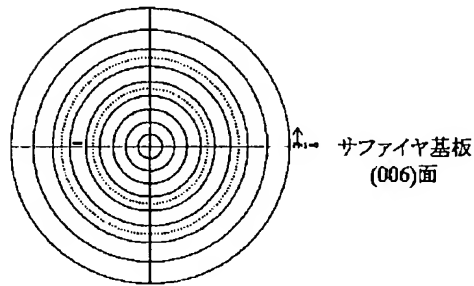
【図5】



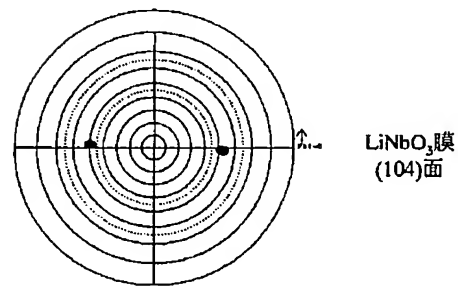
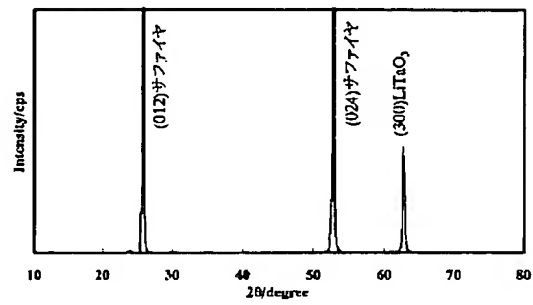
【図6】



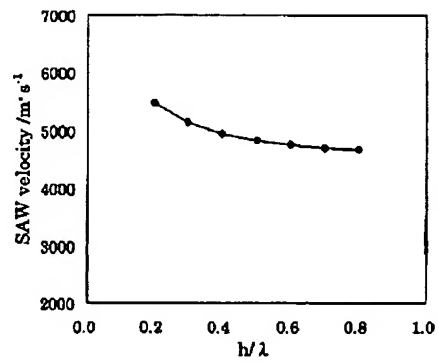
【図7】



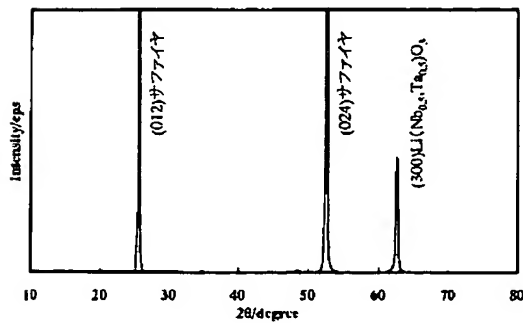
【図8】



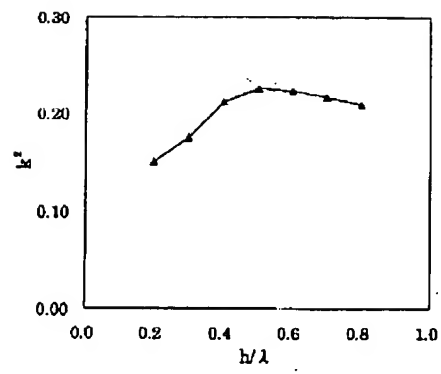
【図10】



【図9】



【図11】



PAT-NO: JP02000332314A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000332314 A

TITLE: PRODUCTION OF PIEZOELECTRIC
SUBSTRATE

PUBN-DATE: November 30, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
<u>SHIRATSUYU, KOSUKE</u>	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MURATA MFG CO LTD	N/A

APPL-NO: JP11144945

APPL-DATE: May 25, 1999

INT-CL (IPC): H01L041/09, H01L041/24 , H03H003/02 ,
H03H003/08

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To simplify the production process of a piezoelectric substrate by depositing a piezoelectric thin film on a (012) sapphire substrate at a specified deposition rate or above thereby forming a (100) oriented piezoelectric thin film.

SOLUTION: Material gas gasified by two material gas containers/gasifiers 5, 6 is subjected to flow control through an MFC(mass flow controller) 8 for carrier gas and oxygen gas is fed to a material gas mixer 9 along with carrier gas while controlling the flow rate through a dedicated MFC

7. Mixed material
gas is passed through a material gas mixing nozzle 10 and
fed above a (012)
sapphire substrate 11 placed in a reaction container 2
while being heated. The
material gas fed above the (012) sapphire substrate 11 is
caused to decompose
and react directly above the substrate 11 and a
piezoelectric thin film is
deposited on the substrate 11 at a rate of 1

COPYRIGHT: (C)2000,JPO